

江苏大学 2006 年硕士研究生入学考试试题

考试科目：药物分析学

考生注意：答案必须写在答题纸上，写在试题及草稿纸上无效！

* 本试卷需自备计算器

一、名词解释：（25 分，共 10 题；1-5 题解释含义，每题 2 分；6-10 题翻译成中文后再解释之，每题 3 分）

1. 热分析法
2. 耐用性
3. 溶出度
4. 酶活力
5. 中药指纹图谱
6. GMP
7. Specific identification test
8. Limit of impurity
9. Chemical bonded phase
10. Internal standard method

二、填空题：（32 分，共 7 题，每空 1 分）

1. 片剂中的赋形剂常对主药的含量测定带来干扰，如糖类（淀粉、糊精等）对_____滴定法有干扰，硬脂酸镁对_____滴定法和_____滴定法有干扰。
2. 药品质量标准的制定原则需坚持_____，充分体现“_____、_____、_____、_____”的原则。
3. 毛细管柱又称_____或_____，柱材多为_____。内壁为_____或_____涂层固定相，外壁为_____或_____。
4. HRGC中，根据分析对象性质的不同，可采用不同的进样方式，通常，测定高浓度组分时，宜采用_____进样；测定痕量组分，宜采用_____进样；测定热不稳定、宽沸程样品，宜采用_____进样；测定热不稳定、各组分浓度差别较大的样品，宜采用_____进样。

5. 巴比妥类药物的紫外吸收光谱特征和其电离的程度有关。其中 5,5-取代的巴比妥类药物：在 pH=2 的酸性溶液中，_____ 电离，_____ 紫外吸收；在 pH=10 的碱性溶液中，_____ 电离，_____ 紫外吸收；在 pH=13 的强碱性溶液中，_____ 电离，最大吸收_____ 移。根据巴比妥在不同 pH 介质中电离情况不同，UV 吸收产生差异；而干扰组分 UV 吸收不变。可以采用_____ 分光光度法进行含量测定。
6. 含量均匀度通常是指_____、_____、_____ 或_____ 等制剂中的单剂含量偏离标示量的程度。凡检查含量均匀度的制剂不再检查_____。
7. 药物分析实验中，为了消除试剂和器皿可能带来的影响，应同时进行_____ 试验，以供对照。

三、单项选择：（15 分，共 15 题，每题 1 分）

1. 中国药典（2000 年版）中规定的一般杂质检查中不包括的项目是（ ）
- A. 硫酸盐检查 B. 氯化物检查 C. 溶出度检查
D. 重金属检查 E. 砷盐检查
2. 检查维生素 C 中的重金属时，若取样量为 1.0g，要求含重金属不得过百万分之十，问应吸取标准铅溶液（每 1ml=0.01mg 的 Pb）多少 ml？（ ）
- A. 0.2ml B. 0.4ml C. 2ml D. 1ml E. 20ml
3. 微孔滤膜法是用来检查（ ）
- A. 重金属 B. 砷盐 C. 氯化物 D. 硫化物 E. 氰化物
4. 取供试品约 10mg，加发烟硝酸 5 滴，置水浴上蒸干，得黄色的残渣，放冷，加乙醇 2~3 滴湿润，加固体氢氧化钾一小粒，即显深紫色。该反应可鉴别（ ）？
- A. 巴比妥类药物 B. 托烷类药物 C. 喹啉类药物 D. 青霉素类药物
5. 下列药物的碱性溶液，加入铁氰化钾后，再加正丁醇，显蓝色荧光的是（ ）。
- A. 维生素 A B. 维生素 B1 C. 维生素 C D. 维生素 E
6. 中国药典（2000 年版）规定肾上腺素中检查肾上腺素酮的方法为：取本品，加盐酸溶液（9→2000）制成每 1ml 中含 2.0mg 的溶液，于 310nm 波长处测定，吸收度不得超过 0.05，已知肾上腺素酮在 310nm 波长处的百分吸收系数为 453，肾上腺素在该波长处无吸收。请计算肾上腺素酮的限量应为（ ）
- A. 0.1% B. 0.5% C. 0.04% D. 0.06% E. 0.0002%

7. 下列药物中, 哪一个药物加氨制硝酸银能产生银镜反应 ()
- A. 地西洋 B. 阿司匹林 C. 异烟肼 D. 苯佐卡因 E. 苯巴比妥
8. 检查盐酸异丙嗪中“有关物质”时, 采用 TLC 高低浓度对比法, 其对照溶液为 ()
- A. 杂质的标准溶液 B. 标准“有关物质”溶液
C. 供试品溶液 D. 供试液的稀释溶液
9. 测定维生素 C 注射液的含量时, 在操作过程中要加入丙酮, 这是为了 ()
- A. 消除注射液中抗氧剂的干扰 B. 增加维生素 C 的溶解度
C. 使反应完全 D. 加快反应速度 E. 保持维生素 C 的稳定
10. 用 HPLC 法测定庆大霉素 C 组分含量时, 需进行衍生化处理, 其主要原因是 ()
- A. 庆大霉素 C 无挥发性 B. 庆大霉素 C 无 UV 吸收
C. 庆大霉素 C 溶解性差 D. 庆大霉素 C 不稳定
11. 药物制剂的检查中 ()
- A. 杂质检查项目应与原料药的检查项相同
B. 杂质检查项目应与辅料的检查项相同
C. 杂质检查主要是检查制剂生产、贮存过程中引入或产生的杂质
D. 不再进行杂质检查
12. 中国药典 (1990 年版) 规定维生素 B₁₂ 注射液规格为 0.1mg / ml, 含量测定如下: 精密量取本品 7.5ml, 置 25ml 量瓶中, 加蒸馏水稀释至刻度, 混匀, 置 1cm 石英池中, 以蒸馏水为空白, 在 361 ± 1nm 波长处吸收度为 0.593, 按百分吸收系数为 207 计算维生素 B₁₂ 标示量的百分含量为 ()
- A. 90% B. 92.5% C. 95.5% D. 97.5% E. 99.5%
13. 中国药典 (2000 年版) 所收载的亚硝酸钠滴定法中指示终点的方法为 ()
- A. 电位法 B. 永停法 C. 外指示剂法
D. 内指示剂法 E. 自身指示剂法
14. 药品的鉴别是证明 ()
- A. 未知药物的真伪 B. 已知药物的真伪 C. 已知药物的疗效
D. 药物的纯度 E. 药物的稳定性
15. 测定土霉素的效价时, 需要 ()
- A. 衍生化试剂 B. 基准试剂 C. 对照品 D. 标准品

四、多项选择题：（20分，共10题，每题2分，多选少选均不得分）

1. 中国药典（2000年版）规定，硫氰酸铵法检查铁盐时，加入过硫酸铵的目的是（ ）
 - A. 使药物中铁盐都转变为 Fe^{3+}
 - B. 防止光线使硫氰酸铁还原或分解褪色
 - C. 使产生的红色产物颜色更深
 - D. 防止干扰
2. 氧瓶燃烧法可用于（ ）
 - A. 含卤素有机药物的含量测定
 - B. 醚类药物的含量测定
 - C. 检查甾体激素类药物中的氟
 - D. 检查甾体激素类药物中的硒
 - E. 芳酸类药物的含量测定
3. 测定药物片剂的溶出度或释放度时，对所用测定方法应要求（ ）
 - A. 精密度
 - B. 定量限
 - C. 耐用性
 - D. 回收率
 - E. 检测限
4. 中国药典（2000年版）采用银量法测定苯巴比妥片剂时，应选用的试剂有：（ ）
 - A. 甲醇
 - B. AgNO_3
 - C. 3%无水碳酸钠溶液
 - D. 终点指示液
 - E. KSCN
5. 采用LLE法萃取生物样本时，要提高有机溶剂的萃取效率，可采取的措施有：（ ）
 - A. 选择分配系数较低的提取溶剂
 - B. 增大有机相的体积
 - C. 采用极性高的提取溶剂
 - D. 增加提取次数
6. 盐酸普鲁卡因采用亚硝酸钠滴定法测定含量时的反应条件是（ ）
 - A. 强酸
 - B. 加入适量溴化钾
 - C. 沸水浴中滴定
 - D. 滴定管尖端深入液面
7. 盐酸普鲁卡因胺常用的鉴别反应有（ ）
 - A. 重氮化—偶合反应
 - B. 羟肟酸铁盐反应
 - C. 氧化反应
 - D. 磺化反应
 - E. 碘化反应
8. 用于甾体激素类药物的测定方法有（ ）
 - A. 高效液相色谱法
 - B. 四氮唑盐法
 - C. 紫外分光光度法
 - D. 异烟肼比色法
 - E. Kober反应比色法

9. 能和茚三酮发生呈色反应的物质有 ()

- A. 链霉素 B. 庆大霉素 C. 土霉素 D. 氨基酸 E. 苯巴比妥

10. 抗氧化剂的对测定方法干扰的排除方法有 ()

- A. 加入掩蔽剂 B. 加酸分解 C. 加入还原剂
D. 加入弱氧化剂 E. 加碱分解

五、问答题：(58分，共6题)

1. USP(24)采用 ion-pair HPLC 法检查对氨基水杨酸钠中的杂质间氨基酚的限量。色谱条件为：色谱柱为 C_{18} 柱；流动相为 NaH_2PO_4 液 (0.05mol/L) - Na_2HPO_4 液 (0.05mol/L) - 甲醇 (含氢氧化四丁基铵 1.9g) (425: 425:150)；检测波长为 254nm；流速约 1.5ml/min，内标为磺胺。

请问本实验中氢氧化四丁基铵的作用是什么 (1分)？为何采用 ion-pair HPLC 法 (2分)？简述其分离原理，并从反离子与 pH 值的选用讨论该色谱条件的建立 (8分)。

2. 简述药物中杂质的来源，试举例某一药品的特殊杂质加以说明。(10分)

3. 高效液相色谱法拆分手性药物的有哪几种模式？试以其中一种模式为例，简述其分离原理及特点。(9分)

4. 简述体内药物分析与药物分析学科之间的关系？简述体内药物分析的主要特点并说明原因。(10分)

5. 如何用双相滴定法测定苯甲酸钠的含量？说明其测定原理和方法。(8分)

6. 简述近年来药物分析中色谱技术的进展。(10分)